

明 細 書

液状媒体の回収方法並びに液状の媒体回収装置

技術分野

- 5 本発明の一つは、溶質を含む溶液のような、液状媒体を含む混合物から液状媒体を分離回収する方法及び装置に関する。

本発明の他の一つは、溶媒のような液状の媒体と非揮発性の物質とを含む溶液のような混合液から液状の媒体を分離回収する装置に関し、特に前記混合液を濃縮しながら、液状の前記媒体を分離回収する装置に関する。

10

背景技術

- 近年、環境問題に関する関心が高まっており、また、人の健康や生態系に有害なおそのある化学物質の排出等に対する I S O といった基準及び P R T R (Pollutant Release and Transfer Register) 法のような法律規制が厳しく
- 15 なっている。このような動きを受けて、溶媒の排出量を削減するため、溶媒を含む混合液の濃縮時などに揮発した溶媒を回収することに関心が高まっており、回収目的に供する装置として、最近、溶媒回収装置（溶剤回収装置）等の名称で各種の分離装置が市販されている。

- しかし、これらの装置は、常圧又は減圧での蒸留（溶媒を沸点まで加熱して飽和蒸気を作り、この飽和蒸気を分け取る方法）を媒体分離の原理としており、それらの装置の概念図を第 1 図及び第 2 図に示す。図中の符号は、1：蒸発用丸底フラスコであり、2：加温浴であり、3：温度計であり、4：凝縮用冷却コンデンサーであり、5：回収受器であり、6：冷媒接続口であり、7：カラム塔であり、8：電磁弁であり、9：電磁弁である。第 1 図は、汎用されている有機溶媒
- 20 の単蒸留装置であり、沸騰させた溶媒蒸気を凝縮部（凝縮用冷却コンデンサー 4）に導き、ここで凝縮させて溶媒を分離精製する。第 2 図の蒸留装置は、二種類以上の溶媒が混合された混合溶媒を、単成分の溶媒に分離精製する装置であって、この装置の蒸発部に溶媒を満たし、蒸発部の蒸発用丸底フラスコ 1 は垂直に延びた分留部（カラム塔 7）に連結され、このカラムの上部に凝縮部（凝縮用冷
- 25

却コンデンサー 4) が連結され、そこから枝管が延びて回収受器 5 に接続されており；この枝管は上部でさらに分岐して分留カラム塔 7 の上部へ凝縮液の一部が還流するように工夫されており；回収と還流とは電磁弁 8、9 などによって制御するなどして溶媒の分別蒸留を可能としており；要するに、有機溶媒を沸騰させて還流と分取を適当に切り換えながら混合溶媒を精製する装置として使われる。

特願平 4-86978 号公報には、*n*-ブタノール、酢酸ブチル、水、2-ブトキシエタノール、2-ヘキシロキシエタノールからなる使用済み廃液剤から高純度の *n*-ブタノール及び水を、水相と溶剤相を沈降分離し、減圧下で精留を繰り返して回収する方法が記載されている。しかし、この方法も溶剤を沸騰させて精留している。

しかしながら、これらの装置では、常圧又は減圧下で有機溶媒を沸騰させて「蒸留」することを原則としている。このためこれらの装置の欠点としては、(1) 溶媒蒸気圧の力を利用するために、溶媒を沸点以上に加熱する必要があり、このため蒸発用丸底フラスコ受器 26 の加温浴 40 は溶媒の沸点よりさらに高く加熱する必要があり；したがって、引火点の低い有機溶媒では安全操作の観点から恒常的に人的注意が不可欠であること；さらに、(2) 循環システム系でない従来の装置では、連続運転に際し、その構造上の制約から、溶媒の追加、精製溶媒の取り出し、濃縮母液の排出等の自動化のための装置上の機構が複雑になること；さらに、(3) 装置の複雑性や操作の煩雑性を解決するなどの解決すべき問題が多い。

また、従来の溶媒回収装置は、例えば減圧下での溶媒を蒸発させるロータリーエバポレータ、冷却コンデンサー、ダイヤフラムポンプからなり、減圧下で溶媒を回収するシステムである。従来の溶媒回収装置は、溶媒を含む混合液を蒸発させ、溶媒を回収する際に、回収部の出口を真空ポンプ等で減圧状態にして、蒸発部から回収部へ、さらには回収部出口まで気化した溶媒を移動させている。

しかし、回収部出口を減圧状態にすることにより、以下の問題が生じていた。まず、溶媒の沸点温度が低下する。また、真空ポンプによる減圧度の調整が困難であるので、気化した溶媒の移動速度、言い換えると回収部での滞留時間の制御が困難であった。そのため、溶媒回収部、例えば凝縮器の冷却能力が高いものが

必要であるとともに、溶媒の濃度が高いことが要求されていた。さらに、減圧手段である真空ポンプ等に気化した溶媒が吸い込まれて、ポンプに障害を生じさせる、あるいは装置外に排出されるというような溶媒のリークが生じるという問題が起きていた。

- 5 また、濃縮目的に供する装置として、上述の装置とはシステムが原理的に異なる多検体濃縮装置が溶媒濃縮装置として市販されている。溶媒濃縮装置では、溶媒のような揮発性の液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合液（例えば多検体サンプル）を多数の容器に採取した状態で、これらの容器全てにキャリアーガスのような気体を吹きつけて、溶媒を気化させ、一挙に多検体サンプル全てを濃縮
- 10 することができる装置である。これは、多検体濃縮装置と呼ばれて市販されている。しかし、このような溶媒濃縮装置では、気化された溶媒は、溶媒蒸気となって吹きつけられたキャリアーガスと共にそのまま大気中に放散されて、全く回収されていない。そのため、環境への負荷が問題となっており、この放散される溶媒蒸気を回収できる装置が強く望まれている。しかし、次のような技術的な問題
- 15 がある。1) 吹きつけたキャリアーガスを回収することが困難なこと；2) 吹きつけたキャリアーガスに含まれている希薄な溶媒蒸気から溶媒のみを回収することが困難なこと；3) 装置として自動化が望まれているが、技術的問題を解決する具体的な方法が見当たらないことである。そのために装置の製造は困難であり、いまだにそのような装置は開発されていない。

- 20 本発明の一つの目的は、上記の従来装置の欠点を解決することにあたって、特に溶媒を沸騰させることを必要とせずに「分離精製」するための新規な方法及び装置を提供することにある。

- 本発明の他の目的は、上記の従来装置の欠点を解決することにあたって、液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合物を「濃縮」し、溶媒のような液状の媒体
- 25 を大気に排出することなく、液状の媒体として回収するための新規な装置を提供することにある。

発明の開示

本発明は、液状媒体に気体を強制的に接触させて、液状媒体を気化させ、気化

した該媒体を凝縮する、液状媒体の回収方法である。

また、本発明は、液状媒体に気体を強制的に接触させて、該媒体を気化させる気化部と、前記気化部において気化された媒体を凝縮する凝縮部とを含む、液状媒体回収装置である。

5 本発明は、液状媒体に気体を強制的に接触させて、液状媒体を気化させる気化部と、前記気化部において気化された媒体を凝縮する凝縮部と、前記凝縮部において凝縮させることにより分離された分離気体を強制的に液状媒体に接触させる気体として前記気化部に供給する分離気体供給部と、を含む液状媒体回収装置である。

10 本発明は、液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合液に、気体を接触させて、液状の前記媒体を気化させる気化手段と、

前記気化手段から供給された前記気体と気化された前記媒体とを冷却することによって、凝縮された前記媒体と分離気体とに分離する凝縮分離手段と、

前記分離気体を前記気化手段に前記気体として供給する気体供給手段と、

15 を含む、液状の媒体回収装置である。

図面の簡単な説明

第1図は、従来の有機溶媒単蒸留装置を示す概略図である。

第2図は、従来の有機溶媒分別蒸留装置を示す概略図である。

20 第3図は、本発明の一つの態様による有機溶媒自動精製装置を示す概略図である。

第4図は、本発明の他の一つの態様における液状の媒体の回収及び混合液の濃縮用の装置の機能を示す機能ブロック図である。

25 第5図は、本発明の他の一つの態様における液状の媒体の回収及び混合液の濃縮用の装置の好ましい実施の形態を示す概略図である。

発明を実施するための最良の形態

本発明の一つの態様を以下に説明する。

本発明（1）は、液状媒体に気体を強制的に接触させて、液状媒体を気化させ、

気化した該媒体を凝縮する、液状媒体の回収方法である。

本発明（２）は、強制的に液状媒体に接触させる気体として、該媒体を凝縮させることにより分離された気体を用いる、前記発明（１）の回収方法である。

本発明（３）は、液状媒体を気化させるときに、液状媒体の温度を沸点以下の
5 温度で気化させる、前記発明（１）又は（２）の回収方法である。

本発明（４）は、液状媒体に気体を強制的に接触させて、該媒体を気化させる気化部と、前記気化部において気化された媒体を凝縮する凝縮部とを含む、液状媒体回収装置である。

本発明（５）は、液状媒体に気体を強制的に接触させて、液状媒体を気化させる
10 る気化部と、前記気化部において気化された該媒体を凝縮する凝縮部と、前記凝縮部において凝縮させることにより分離された分離気体を、強制的に液状媒体に接触させる気体として前記気化部に供給する分離気体供給部と、を含む液状媒体回収装置である。

まず、本発明の一つの態様における用語の意味につき説明する。

15 「液状媒体」とは、本発明に係わる方法や装置での処理に付されている状況において、液状である限り特に限定されず、一種の媒体でも二種以上の混合媒体でもよく、有機溶媒でも無機溶媒でもよく、極性溶媒でも無極性溶媒でもよい。ただし、典型的には、常温・常圧で液体である媒体である。液状媒体として、例えば、沸点 50℃以下の低沸点媒体、例えば、エーテル、塩化メチレン、ペンタン、
20 沸点 50～100℃の中沸点媒体、例えば、THF、酢酸エチル、クロロホルム、アセトン、ヘキサン、エタノール、若しくはメタノールのようなアルコール、沸点 100℃以上の高沸点媒体、例えば、ベンゼン、トルエン、DMF、DMSO、アセトニトリルを挙げることができる。

また、処理される液状媒体は、溶液、懸濁液及び乳化液等のような均一物質系
25 でも、不均一物質系の状態にあってもよい。具体的には、液状媒体を、抽出剤、洗浄剤、溶出剤、展開剤、吸収剤等として用いた後の状態を挙げることができる。例えば、生薬等の抽出液の分離精製、カラムクロマトグラフィーの溶離液又は洗浄液の再生処理等が挙げられる。

「気体」とは、処理される液状媒体に対して不活性であり、かつ、冷媒で冷却

されたときにも気体状態を維持する気体であれば、特に制限されない。なお、処理に付される液状媒体を考慮して決定される条件（例えば、気化条件や凝縮条件）に応じて、それに適した気体を選択することになる。具体的には、空気、窒素、ヘリウム、アルゴン等を挙げることができるが、コスト面から空気が好ましい。

「媒体を凝縮させることにより分離された気体」とは、凝縮部を通過させた気体であり、液状媒体が気化した媒体は気体と混合されているが、凝縮部を通ると、媒体は凝縮されて液状媒体となり、気体と分離されるため、本質的に媒体を含んでいない気体である。したがって、媒体の分圧が非常に小さく、気体と媒体とを強制的に接触させた時に、媒体を気化させやすい。ただし、凝縮条件に依存して、気体が媒体をある程度含む場合もある。

「強制的に接触」とは、気体をポンプなどを使って気流に変え、この気流を媒体の如き液体に吹きつけるか、液体中をバブリングするなどして、気液接触を機械的且つ人為的に行うことにより、液体と気体の界面に形成される境膜部を強制的に気流を接触させて吹き飛ばし、常時境膜部を更新させることである。

次に、本発明の方法及び装置において液状媒体を回収する際の各種条件につき説明する。まず、強制接触に関してであるが、例えば、向流、平流、交差、噴霧等の接触方式を用いることができる。向流接触の場合、上部から混合物を壁面につたわせて供給し、下部から上部に気体を通過させる方式、二重らせん管にして、外側管で加温し、内側管に濡れ壁状に混合物を流すことが好ましい。また、混合物の表面に気体を通過又は吹きつけることにより、接触させることができる。さらに、混合物の内部に気体を通過させ、例えばバブリングさせることができる。一方、噴霧により接触効率を高めることもできるが、この場合、ミスト状にならない程度の微粒子の液滴を噴霧するのが良い。

また、加熱に関してであるが、好適には液状媒体の温度を沸点以下の温度で気化させることが好ましい。例えば、高沸点、中沸点の有機溶媒に関しては、沸点より10～20℃低い温度に浴温度を調節するとよい。また、低沸点有機溶媒に関しては、沸点より5～10℃低い浴温度を調節することが好適である。ただし、沸点以上の温度で気化させてもよい。

次に、凝縮条件に関しては、気化させた媒体が液体となる温度条件であればよいが、効率を高めるためには、媒体の凝縮温度をより低い温度に設定することが好適である。

低沸点媒体の場合、 $0 \sim -40^{\circ}\text{C}$ が好ましく $-10 \sim -30^{\circ}\text{C}$ がより好ましい。

5 中沸点媒体の場合、 $10 \sim -30^{\circ}\text{C}$ が好ましく、 $0 \sim -20^{\circ}\text{C}$ がより好ましい。

高沸点媒体の場合、 $20 \sim -20^{\circ}\text{C}$ が好ましく、 $10 \sim -10^{\circ}\text{C}$ がより好ましい。

なお、本発明の一つの態様における好適なものとしては、閉鎖系にして気体を循環させる態様を挙げることができる。このような態様とすることで、外部に媒体が放散される恐れがなくなり環境的に安全であることに加え、凝縮部での凝縮が不十分である場合にも、気体が還流することで高い回収率を維持することが可能となる。

本発明の一つの態様における、好ましい実施の態様の液状媒体回収装置を第3図に示す。

15 図中の代表的な符号は、10：液状媒体回収装置であり、15：自動開閉電磁弁であり、16：自動開閉電磁弁であり、17：自動開閉電磁弁であり、18：自動開閉電磁弁であり、19：自動開閉電磁弁であり、20：気化部（加温部、蒸発用丸底フラスコ受器）であり、22：加温部であり、24：液状媒体供給口であり、回収溶媒供給口であり、26：蒸発用丸底フラスコ受器であり、28：
20 自動開閉電磁弁であり、30：廃液貯留タンクであり、32：枝管であり、34：接続導管であり、36：枝管であり、40：加温浴であり、44：接続導管であり、50：溶媒供給用密閉タンクであり、55：原液溶媒タンクであり、60であり、64：接続導管（渡りチューブ配管）であり、62、65、66：3方分岐管であり、70：接続導管（供給部）であり、80：ニードル開閉弁であり、81：自動開閉電磁弁であり、90：接続導管であり、100：凝縮部
25 （凝縮用冷却コンデンサー、丸底フラスコ受器）であり、102：凝縮用冷却コンデンサーであり、104：丸底フラスコ受器であり、106：精製溶媒貯留タンクであり、108：枝管であり、110：枝管であり、112：接続導管であり、P-1：ダイヤフラムポンプ（供給部）であり、P-2：加・減圧デュアル

ポンプであり、P-3：温浴循環用ポンプである。

液状媒体回収装置10は、加温部22及び凝縮用冷却コンデンサー102と、これらの上部及び下部を接続する接続導管70並びに60及び64とを含み、液状媒体回収装置10により閉鎖系となる環状循環システムを構築する。この接続
5 導管60と64との間には、気体循環用のフッ素樹脂製のダイヤフラムポンプP-1が取り付けられている。ダイヤフラムポンプP-1によって環状循環システム内に含まれている気体を強制循環させることで、液状媒体供給口24から気化部20に注入された液状媒体は、気化精製されて凝縮部100で液化回収される。

本発明の装置に用いる材料は、気体及び液体に対し非透過性で耐薬品性を備えた材料であればよく、特に限定されない。材料の例として、炭素材料、ガラス・
10 ほうろう類、ステンレス鋼、セラミックスのような無機材料；ポリエチレン、ポリプロピレン、四フッ化エチレン樹脂、三フッ化塩化エチレン樹脂、フッ化ビニリデン樹脂、フッ化エチレンプロピレン樹脂、過フッ化アルコキシ樹脂、不飽和ポリエステル、エポキシ樹脂、ビニルエステル樹脂、フラン樹脂、フッ素樹脂の
15 ような有機材料；チタン等の遷移金属、Pt等の貴金属、Al-Mg合金、Cu合金（例えば、Cu-Sn合金、Sn-Zn合金、Cu-Al合金、Cu-Ni合金）、Ni合金（例えば、Ni-Cu合金、Ni-Mo合金、Ni-Cr合金）のような金属材料；又は複合材料；あるいは耐食材料で被覆された材料等が挙げられる。ガラス、フッ素樹脂、ステンレスが好ましい。

20 気体循環用に用いるポンプは、耐薬品性を備えたポンプであればよく、内部がフッ素樹脂製のダイヤフラムポンプP-1が好ましい。蒸気ミストが発生しない条件下でダイヤフラムポンプP-1を使用することにより、循環システム系で緩やかに気体を循環させることができる。

また、ダイヤフラムポンプP-1の気体移動能力として、1分間に液状媒体
25 （有機溶媒）自動精製装置の全内容積の0.1～10倍の範囲の容積の気体を循環させる能力が必要であるが、好ましくは、1分間に0.3～3倍の範囲の容積の気体を循環させる能力のあるダイヤフラムポンプを使用する。例えば、有機溶媒自動精製装置の内容積の総和が3～4Lであるならば、排気量が15～1L/minの排気能力のあるフッ素樹脂製のダイヤフラムポンプを使用できるが、

好ましくは、排気量が 8 ～ 3 L/min のダイヤフラムポンプを使用するとよい。

有機溶媒は、加温部 22 と蒸発用丸底フラスコ受器 26 とを含む気化部 20 の上部にあるフッ素樹脂製導管の回収溶媒供給口 24 から滴下され、その一部は加温部 22 の内壁を流下して蒸発用丸底フラスコ受器 26 に達する。滴下注入された有機溶媒は、加温部 22 及び蒸発用丸底フラスコ受器 26 を含む気化部 20 で温められて気化する。

加温部 22 と蒸発用丸底フラスコ受器 26 との間に取り付けられた一つの枝管 36 には、フッ素樹脂製の接続導管 60 が差し込まれている。蒸発用丸底フラスコ受器 26 の底と接続導管 60 の先端との間の距離は、有機溶媒の種類により加減されるが、好ましくは、接続導管 60 の先端が蒸発用丸底フラスコ受器 26 の底から概ね 4 ～ 8 cm 程離されるように、接続導管 60 は固定されている。接続導管 60 の他端は、ダイヤフラムポンプ P-1 に接続されている。有機溶媒の気化は、ダイヤフラムポンプ P-1 によって接続導管 60 の他端から供給される気体を蒸発用丸底フラスコ受器 26 の液面に吹きつけることにより行われる。また、接続導管 60 の先端を、蒸発用丸底フラスコ受器 26 に溜まっている有機溶媒に触れるように位置付けて、バブリングするようにしてもよい。また、蒸発用丸底フラスコ受器 26 に気体を供給することにより、回収溶媒供給口 24 から滴下注入された有機溶媒に対して、加温部 22 の内側を下から上へ上昇する向流的な気流が生ずる。

加温部 22 と蒸発用丸底フラスコ受器 26 との間の他の枝管 32 には、フッ素樹脂製の接続導管 34 が差し込まれている。接続導管 34 の一端が蒸発用丸底フラスコ受器 26 の底から約 2 cm 程離れるように、接続導管 34 は固定されている。さらに、この接続導管 34 の他端は自動開閉電磁弁 28 に接続され、自動開閉電磁弁 28 の出口は接続導管 44 で廃液貯留タンク 30 に接続されている。これにより、蒸発用丸底フラスコ受器 26 に溜まった残渣液を、蒸発用丸底フラスコ受器 26 から廃液貯留タンク 30 へ移動させることができる。

回収有機溶媒は、気化部 20 の上部にあるフッ素樹脂製導管の回収溶媒供給口 24 から滴下されるが、その滴下速度はニードル開閉弁 80 により調節される。

溶媒供給用密閉タンク 50 の上部には、導管 72 の一端が接続されている。導

管 7 2 の他端は、3 方分岐管 6 2 の一端が接続されており、3 方分岐管 6 2 の残りの二端には、導管 7 4 が周回するように接続されている。導管 7 4 には、自動開閉電磁弁 1 6、3 方分岐管 6 6、加・減圧デュアルポンプ P-2、3 方分岐管 6 5 及び自動開閉電磁弁 1 5 が順に接続されている。さらに、3 方分岐管 6 6 に
5 は、自動開閉電磁弁 1 7 が接続され、3 方分岐管 6 5 には、自動開閉電磁弁 1 8 が接続されている。

溶媒供給用密閉タンク 5 0 には、導管 7 6 の一端が接続されている。導管 7 6 の他端は、ニードル開閉弁 8 0 と自動開閉電磁弁 8 1 とを介して回収溶媒供給口 2 4 に接続されている。

10 加・減圧デュアルポンプ P-2 の起動や、自動開閉電磁弁 1 5、1 6、1 7、1 8、1 9、8 1 等の開閉動作を、予めプログラムしたタイミングで制御することにより、溶媒供給用密閉タンク 5 0 を加圧状態又は減圧状態にすることができる。

気化部 2 0 への回収有機溶媒の供給は以下のようにして行われる。

15 まず、自動開閉電磁弁 1 9 を開放するとともに自動開閉電磁弁 8 1 を閉鎖し、加・減圧デュアルポンプ P-2 を使って、溶媒供給用密閉タンク 5 0 を減圧状態にすることにより、回収有機溶媒を原液溶媒タンク 5 5 から溶媒供給用密閉タンク 5 0 へ移動させる。その後、自動開閉電磁弁 1 5、1 7、1 9 を閉鎖するとともに自動開閉電磁弁 1 6、1 8、8 1 を開放し、加・減圧デュアルポンプ P-2
20 を使って弱く溶媒供給用密閉タンク 5 0 を加圧状態にすることにより回収有機溶媒を溶媒供給用密閉タンク 5 0 から加温部 2 2 へ移動させる。加・減圧デュアルポンプ P-2 を利用して、自動開閉電磁弁 1 5、1 6、1 7、1 8、1 9、8 1 等を、加圧には自動開閉電磁弁 1 5、1 7、1 9 を閉とし、減圧には自動開閉電磁弁 1 6、1 8、8 1 を閉とするような、予めプログラムしたタイミングで
25 操作させることにより、溶媒供給用密閉タンク 5 0 の加圧・減圧状態を制御することができる。

加・減圧デュアルポンプ P-2 や自動開閉電磁弁 2 8 等の制御は、タイマー等の時間を設定することができる機器により、設定された時間間隔ごとに行うことができる。この時間間隔は、所定の条件、例えば蒸発用丸底フラスコ受器 2 6 に

溜まる残渣溶液の増加量によって適当に選ぶことができる。例えば、溶媒供給用密閉タンク 50 内の回収有機溶媒の液面レベルをモニタリングすることにより、加・減圧デュアルポンプ P-2 を利用して、蒸発用丸底フラスコ受器 26 の残渣溶液を外部の廃液貯留タンク 30 に自動的に移動させることができる。

- 5 気化部 20 の蒸発用丸底フラスコ受器 26 の下方には、加温浴 40 が設けられており、蒸発用丸底フラスコ受器 26 は、加温浴 40 に浸されて温められる。加温浴 40 には、導管 90 によって加温部 22 が接続されている。導管 90 には温浴循環用ポンプ P-3 が取り付けられており、加温浴 40 と導管 90 と加温部 22 とに封入されている温浴液を温浴循環用ポンプ P-3 によって循環させて、
10 加温浴 40 と加温部 22 とを加熱することができる。

- 蒸発用丸底フラスコ受器 26 及び加温部 22 等の加熱は、回収溶媒供給口 24 から滴下注入する有機溶媒の沸点以下で行われ、通常、沸点の高い有機溶媒にあつては、個別の溶媒の沸点より 10～20℃程度低い温度に温め、また、沸点の低い有機溶媒にあつては、個別の溶媒の沸点より 5～10℃程度低い温度に
15 温めることを目安とするが、有機溶媒の気化特性を考慮して個別に設定するのが好ましい。したがって、加温浴 40 の温度は、精製する有機溶媒の沸点より低く設定することが望ましく、好ましくは、有機溶媒の沸点より 5～20℃低く保つとよい。

- 本発明の気化部 20 の別の態様として、加温部 22 での蒸発機能を必ずしも持
20 たせなくてもよい。例えば、蒸発用丸底フラスコ受器 26 の如き気体吹きつけ部のみを一個又は複数個を用意して、これらの気体吹きつけ部を適当に温めながら、気体循環用のダイヤフラムポンプ P-1 から供給される気体を気体吹きつけ部のそれぞれに吹きつけて有機溶媒を気化させて、これらの気体を集めて凝縮用冷却コンデンサー 102 に誘導してもよい。

- 25 この際、気体吹きつけ部として、上述した蒸発用丸底フラスコ受器 26 のほか、密閉した箱に複数の試験管を用意し、これらの試験管に溶媒を溜めて気体を吹きつける形式のものでもよく、特に、吹きつけ形態の制約はなく、有機溶媒に強制的に気体を接触させることができるものであればよい。

加温部 22 の上部回収溶媒供給口 24 から有機溶媒を滴下注入する時には、

加・減圧デュアルポンプP-2を用いて注入する。加・減圧デュアルポンプP-2による回収溶媒の注入量は、回収有機溶媒の種類により気化のしやすさの程度により加減する必要がある。さらに、その調節は、有機溶媒自動精製装置に取り付けられたフッ素樹脂製のニードル開閉弁80を用いてさらに精密に制御することができる。滴下注入の際の流量は回収された有機溶媒の種類により、予め調べられた数値を参考にニードル開閉弁80を開閉するなどして調節するのが好ましく、その目安は、加温部22を流下した溶媒が、蒸発用丸底フラスコ受器26に少量溜まる程度が好ましい。

蒸発用丸底フラスコ受器26において気化した気体を加温部22に移動させて、加温部22においてさらに気化する有機溶媒を気体に取り込む。気化部20の加温部22と、凝縮部100の凝縮用冷却コンデンサー102とは、接続導管70により接続されている。気化部20において気化された気化蒸気は、ゆっくりと凝縮部100へ移動する。凝縮部100の凝縮用冷却コンデンサー102の冷却管には冷媒が流されており、凝縮用冷却コンデンサー102において気化蒸気は凝縮液化される。凝縮用冷却コンデンサー102でほぼ完全に凝縮された有機溶媒は、丸底フラスコ受器104に回収される。凝縮用冷却コンデンサー102の冷却管に、0～-35℃の範囲の冷媒を流すことにより、冷媒蒸気を凝縮させることができるが、より好ましくは-10℃以下の冷媒を流すとよい。

ダイヤフラムポンプP-1に接続されたフッ素樹脂製の接続導管64は、凝縮用冷却コンデンサー102と丸底フラスコ受器104との間にある一つの枝管108に接続されている。また、ダイヤフラムポンプP-1に接続されたフッ素樹脂製の接続導管60は、加温部22と蒸発用丸底フラスコ受器26との間にある一つの枝管36に接続されており、このようにして、接続導管60から押しだされた気体は、加温部22、接続導管70、凝縮用冷却コンデンサー102を経由して、接続導管64からダイヤフラムポンプP-1に戻るにより、閉鎖系内を循環する。

凝縮用冷却コンデンサー102と丸底フラスコ受器104との間にある他の枝管110には、接続導管112が接続されており、接続導管112は、精製溶媒貯留タンク106に導かれている。凝縮部100の下部にある丸底フラスコ受器

104に溜まった精製溶媒は、接続導管112の高さを適当に加減して固定することにより、自動的に精製溶媒貯留タンク106へ移動する。

5 なお、接続導管64の途中に三方分岐管を設け、三方分岐管の残りの端部に更なる加圧ポンプと自動開閉弁とを接続する構成としてもよい。この加圧ポンプP-4（図示されていない）に接続された自動開閉弁を開放し加圧ポンプP-4により加圧状態にして、丸底フラスコ受器104から精製溶媒貯留タンク106に精製溶媒を自動的に移動させることができる。また、蒸発用丸底フラスコ受器26に溜まった残留物を外部の廃液貯留タンク30に移動させることもできる。

10 また、上述した例においては、滴下される有機溶媒や残渣溶液が溜められる蒸発用丸底フラスコ受器26や、精製溶媒が溜められる丸底フラスコ受器104等の器具は、ガラス製である場合を示したが、その他の材料、例えば上述の本発明の装置に用いる材料製の器具を用いてもよく、用いる溶媒の種類に応じて定まる稼動温度範囲や耐薬品性等を考慮した器具を用いることができる。

本発明の他の一つの態様について、以下に説明する。

15 本発明の他の一つの態様は、液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合液に、気体を接触させて、液状の前記媒体を気化させる気化手段と、

前記気化手段から供給された前記気体と気化された前記媒体とを冷却することによって、凝縮された前記媒体と分離気体とに分離する凝縮分離手段と、

20 前記分離気体を前記気化手段に前記気体として供給する気体供給手段と、を含む、液状の媒体回収装置に関する。

本発明の他の一つの態様によれば、前記凝縮分離手段が、気化された前記媒体を冷却して凝縮させる第一の凝縮手段と、第一の凝縮手段を通過した気化された前記媒体をさらに冷却して凝縮させる第二の凝縮手段とを含むことが好ましい。

25 本発明の他の一つの態様によれば、前記気化手段の保温加熱手段をさらに含むことが好ましい。

本発明の他の一つの態様によれば、前記気化手段により生じた気化した前記媒体を前記気体として前記気化手段に供給する給送手段をさらに含むことが好ましい。

本発明の他の一つの態様によれば、前記気化手段は、液状の前記媒体に前記気

体を吹きつけて、前記媒体を気化させるとともに液状の前記媒体とを含む混合液を濃縮することが好ましい。

本発明の他の一つの態様の装置は、閉鎖循環系において、液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合液を濃縮し、さらに気化した媒体を非常に低濃度であつても回収することができる。特に、本発明の他の一つの態様の装置においては、液状の媒体の気化温度は、液状の媒体の沸点以下とすることができ、気体の循環速度は可変とすることができ、気化した液状の媒体を凝縮分離する手段は調整可能な滞留速度に応じて選択することができ、液状の媒体のリークがないという効果を有する。

10 第4図は、本発明の他の一つの態様の装置の機能を示す機能ブロック図である。図中の符号は、1002：気化手段であり、1004：凝縮分離手段であり、1006：気体供給手段である。

第4図に示すように、本発明の他の一つの態様の装置は、気化手段1002と、凝縮分離手段1004と、気体供給手段1006と、からなる。なお、第4図に
15 おいて、気化手段1002と凝縮分離手段1004と気体供給手段1006とを接続する矢印は、後述する気体や媒体の流れを示す。

気化手段1002は、液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合液に、気体を接触させて、液状の媒体を気化させる。

また、凝縮分離手段1004は、気化手段1002から供給された気体と気化
20 された媒体とを冷却して、凝縮された媒体と分離気体とに分離する。

さらに、気体供給手段1006は、凝縮分離手段1004において分離された分離気体を気化手段1002に前記気体として供給する。

ここで、「非揮発性の物質」は、混合液中に、液状の媒体と共に液相に存在する、非揮発性の液体、固体又はそれらの混合物である。具体的には、液状の媒体
25 を希釈剤、抽出剤等として用いた、検体、抽出物等が挙げられる。

「液状の媒体」は、本発明の他の一つの態様に係る方法や装置での処理に付されている状況において、液状であり、揮発性である限り特に限定されない。例えば、一種類の媒体でも二種類以上の混合媒体でもよく、また有機溶媒でも無機溶媒でもよく、さらには極性溶媒でも無極性溶媒でもよい。ただし、典型的には、

常温・常圧で液体である揮発性の媒体（例えば溶媒）である。液状の媒体として、例えば、沸点 50℃以下の低沸点媒体、例えば、エーテル、塩化メチレン、ペンタン、沸点 50～100℃の中沸点媒体、例えば、THF、酢酸エチル、クロロホルム、アセトン、ヘキサン、エタノール、若しくはメタノールのようなアルコール、アセトニトリル、ベンゼン、沸点 100℃以上の高沸点媒体、例えば、トルエン、DMF、DMSOを挙げることができる。

「混合液」は、非揮発性の物質と液状の媒体を含み、懸濁液及び乳化液等のような均一物質系でも、不均一物質系の状態にある混合液でもよい。混合液としては、具体的には、液状の媒体を、希釈剤、抽出剤等として用いた後の混合液を挙

10 げることができる。

「気体」は、処理される液状の媒体に対して不活性であり、かつ、冷媒で冷却されたときにも気体状態を維持する気体であれば、特に制限されない。なお、処理に付される液状の媒体を考慮して決定される条件（例えば、気化条件や凝縮条件）に応じて、それに適した気体（例えば、キャリアーガス）を選択することになる。具体的には、空気、窒素、ヘリウム、アルゴン及びそれらの乾燥気体等を

15 挙げるができるが、コスト面から空気が好ましい。

「分離気体」は、凝縮分離手段を通過した気体であり、液状の媒体が気化した媒体（以下、気化媒体と略す）は気体と混合されて混合気体を形成するが、凝縮分離手段を通過すると、気化媒体は凝縮されて液状の媒体となり、気体と分離されるため、本質的に気化媒体を含んでいない気体である。したがって、分離気体内の気化媒体の分圧は非常に小さく、気体と媒体とを接触させた時に、媒体を気化させやすい。ただし、凝縮分離条件に依存して、分離気体が気化媒体をある程度含む場合、気化条件に依存して分離気体が気化媒体を含む場合もある。

20

以下においては、上述した気化手段 1002 と凝縮分離手段 1004 と気体供給手段 1006 について説明する。

25

<気化手段 1002>

上述したように、気化手段 1002 は、液状の媒体（例えば溶媒）と非揮発性の物質とを含む混合液に、気体（例えばキャリアーガス）を接触させて、液状の媒体を気化させる。

混合液に気体を接触させるには、気体をポンプなどを使って気流に変え、この気流を非揮発性の物質と液状の媒体とを含む混合液に吹きつけるか、混合液中をバブリングするなどして、気液接触を機械的かつ人為的に行い、それにより、液体と気体の界面に形成される境膜部に気流を接触させて吹き飛ばし、常時境膜部を更新させて気化を行うことができる。接触方式としては、例えば、向流、並流、5 交差、噴霧等の接触方式を用いることができる。向流接触の場合、上部から混合液を壁面に伝わせて供給し、下部から上部に気体を通過させる方式、二重らせん管にして、外側管で加熱し、内側管に濡れ壁状に混合液を流すことができる。混合液の表面に気体を通過又は吹きつけることにより、接触させることが好ましい。

10 さらに、混合液の内部に気体を通過させ、例えばバブリングさせることができる。一方、噴霧により接触効率を高めることもできるが、この場合、ミスト状にならない程度の微粒子の液滴を噴霧するのが良い。気流を非揮発性の物質と液状の媒体とを含む混合液に吹きつけることが好ましい。また、気化手段1002において、混合液に含まれる非揮発性の物質は気化されず、液状の媒体のみが気化され

15 るため、液状の媒体の気化と混合液の濃縮とは同時に行われる現象である。そこで、本発明の他の一つの態様の気化手段1002として、通常は液体の濃縮手段として知られる手段（例えば、後述する第5図における濃縮装置1100）を用いることができる。

<凝縮分離手段1004>

20 上述したように、凝縮分離手段1004は、気化手段1002から供給された気体（例えば、キャリアーガス）と気化媒体とを冷却することによって、凝縮された媒体と分離気体とに分離する。

この凝縮分離手段1004においては、全ての気化媒体を気体から分離することが好ましい。

25 凝縮分離手段1004として、気化媒体の一部を気体から分離する凝縮分離手段を任意に加えることができ、例えば、気化媒体を部分凝縮する第一の凝縮分離手段（後述する第5図における第1の凝縮分離装置1140）と、気化媒体を完全に凝縮する第二の凝縮分離手段（後述する第5図における第2の凝縮分離装置1170）とを用いることができる。ここで、第一の凝縮分離手段では、気化媒

体を減圧下で冷却して凝縮することが好ましい。また、第二の凝縮分離手段では、気化媒体を加圧下でさらに冷却して凝縮することが好ましい。第一の凝縮分離手段における圧力は、第二の凝縮分離手段へ移動させる気化媒体と気体との混合気体の気体移動量、あるいは後述する気体供給手段 1006 による気体の移動量により制御することができる。そして、第二の凝縮分離手段における圧力は、後述する気体供給手段 1006 による気体の移動量、あるいは後述する気体給送手段による気体の移動量により制御することができる。

また、複数の部分凝縮分離手段と、1 個の完全凝縮分離手段との組合せ；1 個の部分凝縮分離手段と、複数の完全凝縮分離手段の組合せ；あるいは1 個の部分凝縮分離手段と、1 個の完全凝縮分離手段との組合せを並列に配列して用いることができる。特に、低沸点媒体の場合、複数の凝縮分離手段を用いることが好ましく、上述の組合せを用いることもできる。

さらに、凝縮分離手段 1004 における凝縮条件は、気化媒体が液体となる温度条件であればよいが、効率を高めるためには、媒体の凝縮温度をより低い温度に設定することが好適である。凝縮条件としては、例えば $-35 \sim -20^{\circ}\text{C}$ である。

低沸点媒体の場合、 $0 \sim -40^{\circ}\text{C}$ が好ましく $-10 \sim -30^{\circ}\text{C}$ がより好ましい。

中沸点媒体の場合、 $10 \sim -30^{\circ}\text{C}$ が好ましく、 $0 \sim -20^{\circ}\text{C}$ がより好ましい。

高沸点媒体の場合、 $20 \sim -20^{\circ}\text{C}$ が好ましく、 $10 \sim -10^{\circ}\text{C}$ がより好ましい。

また、凝縮分離手段 1004 を通る気化媒体の流速は、特に制限されないが、気化媒体自体の凝縮に影響を与えない流速が好ましい。

< 気体供給手段 1006 >

上述したように、気体供給手段 1006 は、分離気体を上述の気化手段 1002 に気体（例えばキャリアーガス）として供給する。

上述した気体供給手段 1006 は、気体を循環させるためのものであればよく、第 4 図に示した本発明の他の一つの態様の装置においては、気体供給手段 1006 を凝縮分離手段 1004 から気化手段 1002 へ至るまでの経路に設けたが、気化手段 1002 から凝縮分離手段 1004 へ至るまでの経路に設けてもよい。また、本発明の他の一つの態様の装置に、凝縮分離手段 1004 で得られ

た液状媒体を任意に取り出す手段を加えてもよい。

さらに、気体供給手段 1006 においては、気体とともに気化媒体を移動させることができる。このような気体供給は、ポンプ等（例えば、後述する第 5 図における第 1 のポンプ 1160 及び第 2 のポンプ 1200）を用いて行うことができる。ポンプの気体供給能力、言い換えると排出量は、後述のとおり装置の全容積に依存して選択される。上述のように、気体供給手段 1006 は、気化手段 1002 と、凝縮分離手段 1004 との間に設け、好ましくは、気体を気化手段 1002 へ、次いで凝縮分離手段 1004 へ、さらに気体供給手段 1006 と循環する。

10 上述したポンプ（例えば後述する第 5 図における第 1 のポンプ 1160 及び第 2 のポンプ 1200）は、耐薬品性を備えたポンプであればよく、内部がフッ素樹脂製のダイヤフラムポンプが好ましい。蒸気ミストが発生しない条件下でダイヤフラムポンプを使用することにより、循環システム系で緩やかに気体（例えば、キャリアーガス）を循環させることができる。

15 例えば、ポンプの気体移動能力として、1 分間に本発明の他の一つの態様の媒体回収装置 1010 の全内容積に対し、1 分間に 0.1～10 倍の範囲の容積で気体を循環させる能力が必要であるが、好ましくは、1 分間に 0.3～3 倍の範囲の容積で気体を循環させる能力のあるポンプを使用する。例えば、本発明の他の一つの態様の媒体回収装置 1010 における全内容積の総和が 3～4 L である
20 ならば、排出量が 15～1 L/min の排出能力のあるフッ素樹脂製のポンプを使用できるが、好ましくは、排出量が 8～3 L/min のポンプを使用するとよい。

以下においては、本発明の他の一つの態様の媒体回収装置 1010 に、任意に設けることができる手段、例えば加熱手段、気体給送手段、気体浄化手段について説明する（図示せず）。

25 <保温加熱手段>

本発明の他の一つの態様の媒体回収装置 1010 においては、加熱手段をさらに含むことができる。加熱手段は、気化手段における液状の媒体（例えば揮発性である溶媒）を沸点以下の温度にする。

加熱手段において、加熱する温度は、例えば、高沸点、中沸点の媒体に関して

は、沸点より 10～20℃低い温度に加熱温度を調節するとよい。また、低沸点の媒体に関しては、沸点より 5～10℃低い温度に調節することが好適である。ただし、本発明の他の一つの態様の目的の範囲内において沸点以上の温度まで加熱してもよい。

- 5 例えば、液状の媒体を液状の媒体の沸点以下の温度まで加熱するために、気化手段 1002 において、混合液を保持する部分と加熱部を兼用させることができる（例えば、後述する第 5 図における保持台 1118）。また、気化手段 1002 が閉鎖された装置である場合、加熱手段をその装置の外側に設けて、その装置全体を加熱することができる。

10 <気体給送手段>

本発明の他の一つの態様の媒体回収装置 1010 においては、気体給送手段をさらに含むことができる。

- 15 気体給送手段は、気化手段 1002 により生じた気化した媒体（例えば溶媒蒸気）を、気体（例えばキャリアーガス）として気化手段 1002 に供給する。例えば、気化手段 1002 から排出された気体と気化媒体の混合気体、上述の第一の凝縮分離手段 1004 から排出された気体と気化媒体の混合気体等を、気体給送手段（例えば、ポンプあるいは調整コック付きライン）を通して気化手段 1002 に供給することができる。

- 20 また、気体給送手段は、気化手段 1002 からの気体と気化媒体を、気体給送手段（例えば、ポンプ）を通して、凝縮分離手段 1004 に移動させることができる。また、凝縮分離手段 1004 が、複数ある場合には、それらの間に、気体供給手段を配置して、気体と気化媒体を移動させることができる。

気体給送手段におけるポンプの例は、上述の気体供給手段 1006 におけるポンプの例と同様である。

25 <気体浄化手段>

本発明の他の一つの態様の媒体回収装置 1010 においては、気体浄化手段をさらに含むことができる。気体浄化手段は、微細な粒状物、酸、アルカリ等を除くための手段（例えば、吸着フィルター、洗浄トラップ）である。気体浄化手段は、本発明の他の一つの態様の装置のどこに設けてもよい。例えば、気化手段

1002からの導出口（後述する第5図における導出口1116）に設けることが好ましく、あるいは気化手段1002に気体（キャリアーガス）を供給するための供給口（後述する第5図における供給口1114）に設けることが好ましい。

上述した本発明の他の一つの態様の媒体回収装置1010に用いる材料は、気
5 体（例えばキャリアーガス）及び混合液に対し非透過性で耐薬品性を備えた材料
であればよく、特に限定されない。材料の例として、炭素材料、ガラス・ほうろ
う類、ステンレス鋼、セラミックスのような無機材料；ポリエチレン、ポリプロ
ピレン、四フッ化エチレン樹脂、三フッ化塩化エチレン樹脂、フッ化ビニリデン
樹脂、フッ化エチレンプロピレン樹脂、過フッ化アルコキシ樹脂、不飽和ポリエ
10 ステル、エポキシ樹脂、ビニルエステル樹脂、フラン樹脂、フッ素樹脂のような
有機材料；シリコーン樹脂のようなケイ素材料；チタン等の遷移金属、Pt等の
貴金属、Al-Mg合金、Cu合金（例えば、Cu-Sn合金、Sn-Zn合金、
Cu-Al合金、Cu-Ni合金）、Ni合金（例えば、Ni-Cu合金、Ni
-Mo合金、Ni-Cr合金）のような金属材料；又は複合材料；あるいは耐食
15 材料で被覆された材料等が挙げられる。ガラス、フッ素樹脂、ステンレスが好ま
しい。

本発明の他の一つの態様の媒体回収装置1010は、例えば生薬等の抽出液の
濃縮、液状の検体の濃縮；機械装置、部材、基盤、金型等の洗浄液の回収等に用
いることができる。

20 以下、本発明の他の一つの態様の好ましい実施の形態について、図面を参照し
つつ詳細に説明する。

第5図は、本実施の形態に係る液状の媒体回収装置1010（溶媒回収及び多
検体濃縮用の装置）の概要を示す図である。図中の代表的な符号は、1010：
液状の媒体回収装置であり、1032：給送管（給送手段）であり、1100：
25 濃縮装置（気化手段）であり、1118：保持台（保温加熱手段）であり、
1140：第1の凝縮分離装置（第一の凝縮手段）であり、1160：第1のポン
プ（給送手段）であり、1170：第2の凝縮分離装置（第二の凝縮手段）で
あり、1200：第2のポンプ（気体供給手段）である。

第5図に示すように、液状の媒体回収装置1010は、濃縮装置1100と、

第1の凝縮分離装置1140と、第1のポンプ1160と、第2の凝縮分離装置1170と、第2のポンプ1200と、からなる。

<濃縮装置1100>

濃縮装置1100は、容器1110からなり、容器1110の上部には、容器
5 1110に気体（キャリアーガス）を供給するための供給口1114と、容器1110の中で気化した媒体（溶媒蒸気）を容器1110から導出するための導出口1116が形成されている。容器1110は、供給口1114及び導出口1116を除いて封止されている。

容器1110の内部には、複数の多検体サンプル容器1112を保持するため
10 の保持台1118が設けられている。多検体サンプル容器1112は、一端が開放された開放口1120が形成された長尺な形状、例えば、試験管状の形状を有している。この開放口1120から多検体サンプルを多検体サンプル容器1112に注入できるとともに、後述するように容器1110に供給されたキャリアーガスを開放口1120から供給できる。

15 保持台1118は、熱を伝えやすい材料、例えばアルミからなるブロックで形成されている。保持台1118の上端面には、1つの多検体サンプル容器1112の外形よりもやや大きく形成された複数の孔1122が設けられている。孔1122の各々に多検体サンプル容器1112を挿設することで、多検体サンプル容器1112を保持台1118に保持することができる。多検体サンプル容
20 器1112が孔1122に挿設されたときには、多検体サンプル容器1112の開放口1120の近傍の上端は、保持台1118から突出する。

また、保持台1118には、熱源部（図示せず）が連結されており、熱源部（図示せず）から発せられた熱は、保持台1118を介して孔1122に保持されている多検体サンプル容器1112の各々に伝えられる。この熱源部には、多
25 検体サンプル容器1112の温度を制御するための温度制御装置（図示せず）が接続されており、多検体サンプル容器1112を所望の温度に保つことができる。

上述したように、容器1110の上部には、供給口1114が形成されている。供給口1114には、供給管1124が容器の下方に向かって接続されている。供給管1124の下端部には、気体分岐部1126が支持台（図示せず）によっ

て支持されて設けられている。気体分岐部 1 1 2 6 には、下方に向かって延伸する複数のノズル管 1 1 2 8 が取り付けられている。複数のノズル管 1 1 2 8 は、上述した保持台 1 1 1 8 に形成された孔 1 1 2 2 の各々に対応するように形成されている。ノズル管 1 1 2 8 の各々の下端部は開放されており、供給口 5 1 1 1 4 に供給されたキャリアーガスをノズル管 1 1 2 8 から下方に向かって導入することができる。多検体サンプル容器 1 1 1 2 が孔 1 1 2 2 に挿設されたときには、ノズル管 1 1 2 8 の下端部が、多検体サンプル容器 1 1 1 2 に注入されている多検体サンプルの液面の直上に位置付けられる。

多検体サンプル容器 1 1 1 2 に注入されている多検体サンプルの液面の直上に位置付けられたノズル管 1 1 2 8 の下端部から供給口 1 1 1 4 に供給されたキャリアーガスを導入することによって、多検体サンプルに含まれる液状の媒体（溶媒）は気化されて、溶媒蒸気となる。上述したように、容器 1 1 1 0 の上部には、導出口 1 1 1 6 が形成されており、溶媒蒸気は、導出口 1 1 1 6 を介して容器 1 1 1 0 から導出される。

15 <第 1 の凝縮分離装置 1 1 4 0>

容器 1 1 1 0 の上部には形成された導出口 1 1 1 6 には、配管 1 0 2 0 の一端が接続されている。この配管 1 0 2 0 の他端は、第 1 の凝縮分離装置 1 1 4 0 の供給口 1 1 4 2 に接続されている。導出口 1 1 1 6 から導出された溶媒蒸気は、配管 1 0 2 0 を介して第 1 の凝縮分離装置 1 1 4 0 に供給される。

20 第 1 の凝縮分離装置 1 1 4 0 は、貯留用タンク 1 1 4 4 と、貯留用タンク 1 1 4 4 の上部に接続された凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 とからなる。凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 の下端部の近傍に上述した供給口 1 1 4 2 が形成されている。凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 の内部には、螺旋状に形成された冷媒配管 1 1 4 8 が設けられている。冷媒配管 1 1 4 8 は 2 つの端部を有し、一方 25 の端部は、冷媒供給管 1 0 5 0 に接続され、他方の端部は、冷媒排出管 1 0 5 2 に接続されている。凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 の上部には、分離されたキャリアーガスを導出するための導出口 1 1 5 0 が形成されている。凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 の下部には、分離された溶媒を導出するための導出口 1 1 5 2 が形成されている。分離された溶媒は、凝縮用冷却コンデンサー

1 1 4 6 の下方に接続されている貯留用タンク 1 1 4 4 に貯留される。

<第 1 のポンプ 1 1 6 0>

上述した凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 の上部に形成されている導出口 1 1 5 0 からは分離されたキャリアーガスが導出される。この導出口 1 1 5 0 に
5 は、配管 1 0 2 2 の一端が接続されている。この配管 1 0 2 2 の他端は、第 1 のポンプ 1 1 6 0 の供給口 1 1 6 2 に接続されている。第 1 のポンプ 1 1 6 0 には、供給されたキャリアーガスを導出するための導出口 1 1 6 4 が形成されている。

第 1 のポンプ 1 1 6 0 には、第 1 のポンプ 1 1 6 0 に給電するための電源（図示せず）が電氣的に接続されており、導出口 1 1 6 4 から導出されるキャリアー
10 ガスの導出量が所望の流量となるように、供給口 1 1 6 2 に供給されたキャリアーガスとともに溶媒蒸気を導出口 1 1 6 4 から導出する。

<第 2 の凝縮分離装置 1 1 7 0>

上述したように、第 1 のポンプ 1 1 6 0 に形成された導出口 1 1 6 4 から所定の流量のキャリアーガスが溶媒蒸気とともに導出される。この導出口 1 1 6 4 に
15 は、配管 1 0 2 4 の一端が接続されている。この配管 1 0 2 4 の他端は、第 2 の凝縮分離装置 1 1 7 0 の供給口 1 1 7 2 に接続されている。導出口 1 1 6 4 から導出されたキャリアーガスとともに溶媒蒸気は、配管 1 0 2 4 を介して第 2 の凝縮分離装置 1 1 7 0 に供給される。

第 2 の凝縮分離装置 1 1 7 0 は、貯留用タンク 1 1 7 4 と、凝縮用冷却コンデ
20 ンサー 1 1 7 6 とからなる。凝縮用冷却コンデンサー 1 1 7 6 の内部には、冷媒を貯留するための冷媒タンク 1 1 7 8 が設けられている。冷媒タンク 1 1 7 8 は、冷媒を冷媒タンク 1 1 7 8 に供給するための冷媒供給口 1 1 8 0 と、冷媒を冷媒タンク 1 1 7 8 から排出するための冷媒排出口 1 1 8 2 とが設けられている。

上述した供給口 1 1 7 2 には、螺旋状に形成された配管 1 1 8 4 の一端が接続
25 されている。配管 1 1 8 4 の他方の端部は、凝縮用冷却コンデンサー 1 1 7 6 の下方に形成されている導出口 1 1 8 6 に接続されている。導出口 1 1 8 6 は、配管 1 0 2 6 を介して貯留用タンク 1 1 7 4 に接続されている。配管 1 1 8 4 において凝縮された溶媒は、配管 1 0 2 6 を介して貯留用タンク 1 1 7 4 に供給される。

貯留用タンク 1 1 7 4 の上方には、導出口 1 1 8 8 が形成されており、凝縮用冷却コンデンサー 1 1 7 6 から供給された溶媒蒸気を凝縮させることにより溶媒から分離されたキャリアーガス（以下、分離キャリアーガスと略す）は、導出口 1 1 8 8 から導出される。また、凝縮用冷却コンデンサー 1 1 7 6 から供給された溶媒は、貯留用タンク 1 1 7 4 の下部に貯留される。

なお、上述した凝縮用冷却コンデンサー 1 1 7 6 には、冷媒を循環させるための循環ポンプ 1 1 9 0 も設けられている。この循環ポンプ 1 1 9 0 によって、冷媒タンク 1 1 7 8 に供給する冷媒と、凝縮用冷却コンデンサー 1 1 4 6 の冷媒配管 1 1 4 8 に供給する冷媒とを、循環させることができる。

10 <第 2 のポンプ 1 2 0 0 >

上述した貯留用タンク 1 1 7 4 の上部に形成されている導出口 1 1 8 8 からは分離キャリアーガスが導出される。この導出口 1 1 8 8 には、配管 1 0 2 8 の一端が接続されている。この配管 1 0 2 8 の他端は、第 2 のポンプ 1 2 0 0 の供給口 1 2 0 2 に接続されている。第 2 のポンプ 1 2 0 0 には、供給されたキャリアーガスを導出するための導出口 1 2 0 4 が形成されている。

第 2 のポンプ 1 2 0 0 には、導出口 1 2 0 4 から導出されるキャリアーガスの導出量が所望の流量となるように、供給口 1 2 0 2 に供給されたキャリアーガスを導出口 1 2 0 4 から導出する。

第 2 のポンプ 1 2 0 0 に形成されている導出口 1 2 0 4 には、配管 1 0 3 0 の一端が接続されている。この配管 1 0 3 0 の他端は、上述した濃縮装置 1 1 0 0 の容器 1 1 1 0 の供給口 1 1 1 4 に接続されている。第 2 のポンプ 1 2 0 0 から導出されたキャリアーガスは、濃縮装置 1 1 0 0 の容器 1 1 1 0 に供給される。このような構成としたことにより、キャリアーガスを循環させることができる。

25 上述した構成とした場合には、濃縮装置 1 1 0 0 から気化手段 1 0 0 2 が構成される。また、第 2 の凝縮分離装置 1 1 7 0 から、又は第 1 の凝縮分離装置 1 1 4 0 と第 2 の凝縮分離装置 1 1 7 0 とから凝縮分離手段 1 0 0 4 が構成される。さらに、第 2 のポンプ 1 2 0 0 から、又は第 1 のポンプ 1 1 6 0 と第 2 のポンプ 1 2 0 0 とから、気体供給手段 1 0 0 6 が構成される。

また、第5図に示したように媒体回収装置1010には給送管1032が設けられている。

給送管1032の一端は、濃縮装置1100の容器1110の導出口1130に接続され、給送管1032の他端は、配管1028の途中に設けられた供給口1192に接続されている。このようにしたことで、容器1110で気化された溶媒蒸気を第1の凝縮分離装置1140と第1のポンプ1160と第2の凝縮分離装置1170とを経由させることなく、濃縮装置1100に再び戻すことができ、第2の凝縮分離装置1170内の装置内圧力と濃縮装置1100内の装置内圧力を制御することができる。この給送管1032の途中にはコック等の流量調整装置が設けられている。このようにすることで、濃縮装置1100に再び戻す溶媒蒸気の流量を調節でき、濃縮装置1100における溶媒蒸気の分圧を調整することができる。

実施例

以下、本発明の一つの態様を、実施例に基づき、より詳細に説明する。これらの実施例は、本発明の一つの態様をいかなる意味においても制限するものではない。

実施例1

本発明の一つの態様である第1図に示した液状媒体回収装置10において、溶媒供給用密閉タンク50にクロマトグラフィーの溶離剤に用いたエタノール含有物100mLを導入し、加・減圧デュアルポンプP-2を用いて、回収溶媒供給口24から回収有機溶媒を注入流量34mL/minで、閉鎖系に滴下注入した。ダイヤフラムポンプP-1を調節して、気体(Air)流量を6L/minとし、導管60(外径6mm、内径4mm)を経由させて枝管36で固定された導管60の先端が、1L容量の蒸発用丸底フラスコ受器26の底から6cm離れた位置するように導管60を配置した。こうして、蒸発用丸底フラスコ受器26に3~4cmほど溜めた回収有機溶媒の液面に2~4mm程の窪みの輪が形成されるように、導管60を介して界面に対して斜めから気体を回収有機溶媒に吹きつけた。蒸発用丸底フラスコ受器26の底部に吹きつけられた気体は、気化したエタノールと共

に、フラスコ上部に移動し、加温部 22 に達する。加温部 22 は、直管状蒸発部（内径 60 mm、長さ約 200 mm）と、その内部に配置された外径 8 mm の管からなる蛇管とを有し、蛇管のらせん直径は外径 55 mm である。加温浴 40 からこの蛇管の管内に温浴循環用ポンプ P-3 により温浴液を供給し、加温浴 40 と蛇管を含む加温部 22 との間で温浴液を循環させ、加温浴 40 及び加温部 22 を 65℃ に保った。こうして、回収溶媒供給口 24 から滴下される回収溶媒は、加温部 22 の内部で蛇管の外部表面及び直管状蒸発部の内部壁面を伝って下方向に移動し、加温部の下部から上部に流れる気体と接触し、その一部が気化された。蒸発用丸底フラスコ受器及び加温部 22 の両方で気化したエタノールは接続導管 70 を経て、凝縮用冷却コンデンサー 102 に徐々に到達し、ここで冷却されてエタノールは凝縮して液状となり、1 L 容の丸底フラスコ受器 104 に次第に溜まった。上記条件下では、丸底フラスコ受器 104 に、エタノールは約 8.5 mL/min の割合で、ほぼ全量 (> 99%) が回収された。

実施例 2

表 1 に示すように、実施例 1 における加温浴温度 65℃ を加温浴温度 76℃ に、回収溶媒注入流量 34 mL/min を回収溶媒注入流量 5.0 mL/min に、ポンプ P-1 流量 6 L/min をポンプ P-1 流量 30 L/min に代えた以外は、実施例 1 と同様にして行った。得られた結果を、表 1 に示す。

実施例 3

表 1 に示すように、実施例 1 における回収される有機溶媒の種類をエタノールからメタノールに、加温浴温度 65℃ を加温浴温度 54℃ に、回収溶媒注入流量 34 mL/min を回収溶媒注入流量 6.8 mL/min に代えた以外は、実施例 1 と同様にして行った。得られた結果を、表 1 に示す。

実施例 4

表 1 に示すように、実施例 1 における回収される有機溶媒の種類をエタノールから酢酸エチルに、加温浴温度 65℃ を加温浴温度 76℃ に、回収溶媒注入流量 34 mL/min を回収溶媒注入流量 10.0 mL/min に代えた以外は、実施例 1 と同様にして行った。得られた結果を、表 1 に示す。

実施例 5

表 1 に示すように、実施例 1 における回収される有機溶媒の種類をエタノールからクロロホルムに、加温浴温度 65℃を加温浴温度 54℃に、回収溶媒注入流量 34 mL/min を回収溶媒注入流量 10.0 mL/min に代えた以外は、実施例 1 と同様にして行った。得られた結果を、表 1 に示す。

表 1

実施例	回収される 有機溶媒の種類	加温浴 (℃)	回収溶媒 注入流量 (mL/min)	ポンプ P-1 流量 (mL/min)	有機溶媒 回収流量 (mL/min)	有機溶媒 回収率 (%)
1	エタノール	65	34.0	6	8.5	>99
2	エタノール	76	5.0	30	5.0	>99
3	メタノール	54	6.8	6	5.6	>99
4	酢酸エチル	76	10.0	6	5.6	>99
5	クロロホルム	54	10.0	6	7.7	>99

注：溶媒供給用密閉タンク 50 に液状媒体を 100 mL に導入した状態で回収操作を開始した。

5

産業上の利用可能性

本発明の一つにより、溶媒を沸騰させずに動作させるので、好ましい稼働状態で溶媒を精製することができる方法及び装置が提供される。

10 本発明の他の一つにより、液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合物を「濃縮」し、溶媒のような液状の媒体を大気に排出することなく、液状の媒体として回収することができる装置が提供される。

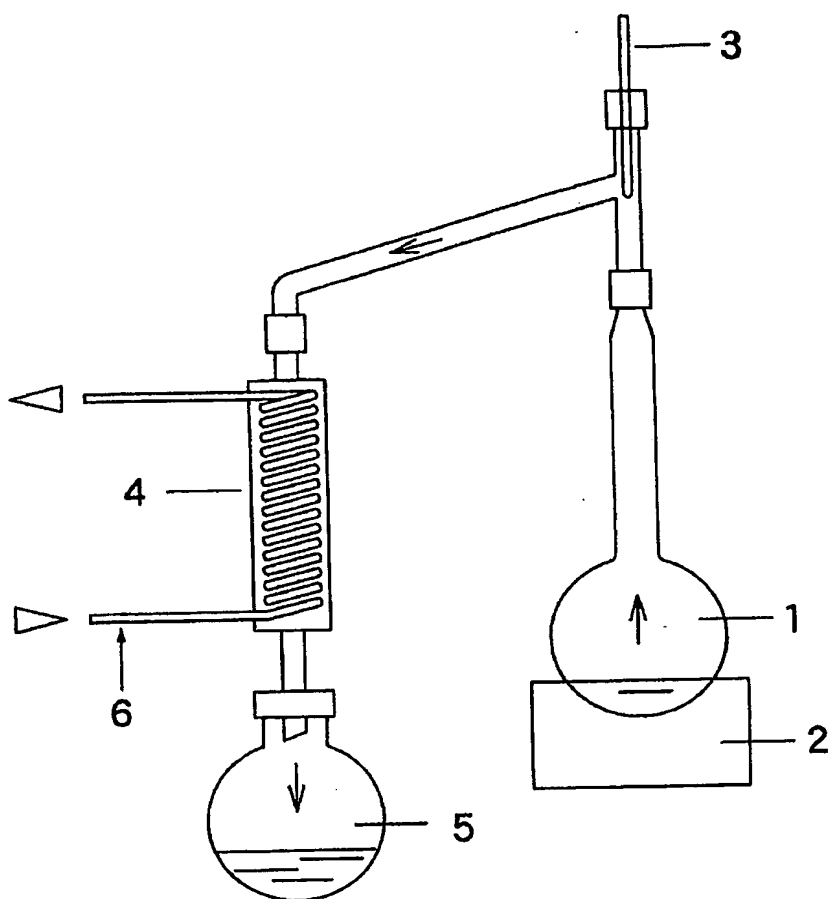
請 求 の 範 囲

1. 液状媒体に気体を強制的に接触させて、液状媒体を気化させ、気化した該媒体を凝縮する、液状媒体の回収方法。
- 5 2. 強制的に液状媒体に接触させる気体として、該媒体を凝縮させることにより分離された気体を用いる、特許請求の範囲第1項記載の回収方法。
3. 液状媒体を気化させるとき、液状媒体の温度を沸点以下の温度で気化させる、特許請求の範囲第1項又は第2項記載の回収方法。
4. 液状媒体に気体を強制的に接触させて、該媒体を気化させる気化部と、前
10 記気化部において気化された媒体を凝縮する凝縮部とを含む、液状媒体回収装置。
5. 液状媒体に気体を強制的に接触させて、液状媒体を気化させる気化部と、前記気化部において気化された媒体を凝縮する凝縮部と、前記凝縮部において凝縮させることにより分離された分離気体を強制的に液状媒体に接触させる気体として前記気化部に供給する分離気体供給部と、を含む液状媒体回収装置。
- 15 6. 液状の媒体と非揮発性の物質とを含む混合液に、気体を接触させて、液状の前記媒体を気化させる気化手段と、
前記気化手段から供給された前記気体と気化された前記媒体とを冷却することによって、凝縮された前記媒体と分離気体とに分離する凝縮分離手段と、
前記分離気体を前記気化手段に前記気体として供給する気体供給手段と、
20 を含む、液状の媒体回収装置。
7. 前記凝縮分離手段が、気化された前記媒体を冷却して凝縮させる第一の凝縮手段と、第一の凝縮手段を通過した気化された前記媒体をさらに冷却して凝縮させる第二の凝縮手段とを含む、特許請求の範囲第6項記載の液状の媒体回収装置。
- 25 8. 前記気化手段の保温加熱手段をさらに含む、特許請求の範囲第6項又は第7項記載の液状の媒体回収装置。
9. 前記気化手段により生じた気化した前記媒体を前記気体として前記気化手段に供給する給送手段をさらに含む、特許請求の範囲第6項～第8項のいずれか1項記載の液状の媒体回収装置。

10. 前記気化手段は、液状の前記媒体に前記気体を吹きつけて、前記媒体を気化させるとともに液状の前記媒体とを含む混合液を濃縮する、特許請求の範囲第6項～第9項のいずれか1項記載の液状の媒体回収装置。

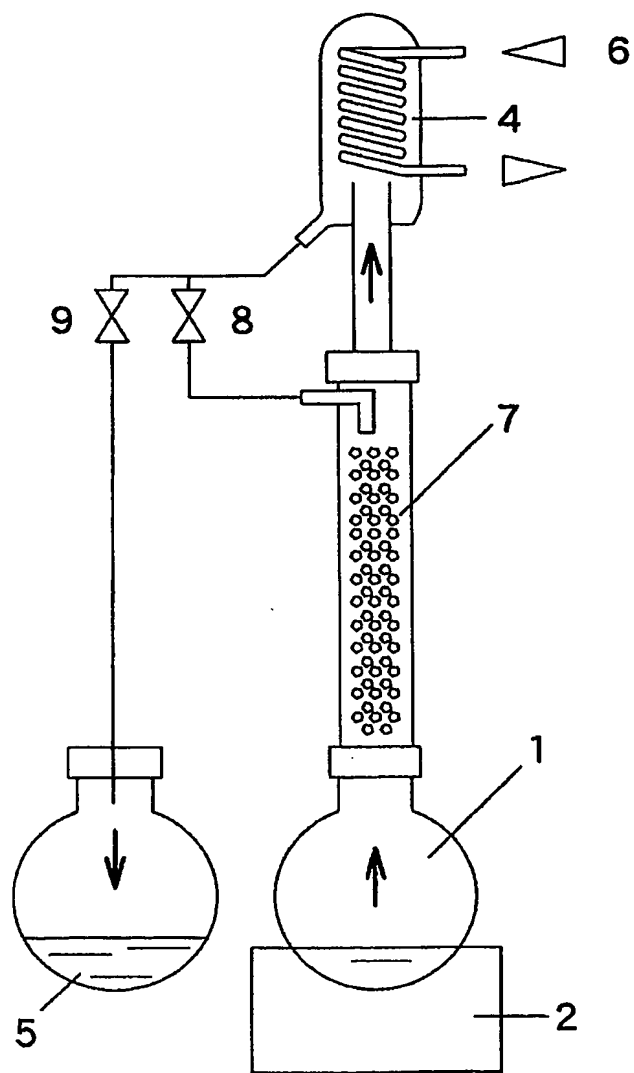
1/5

Fig.1



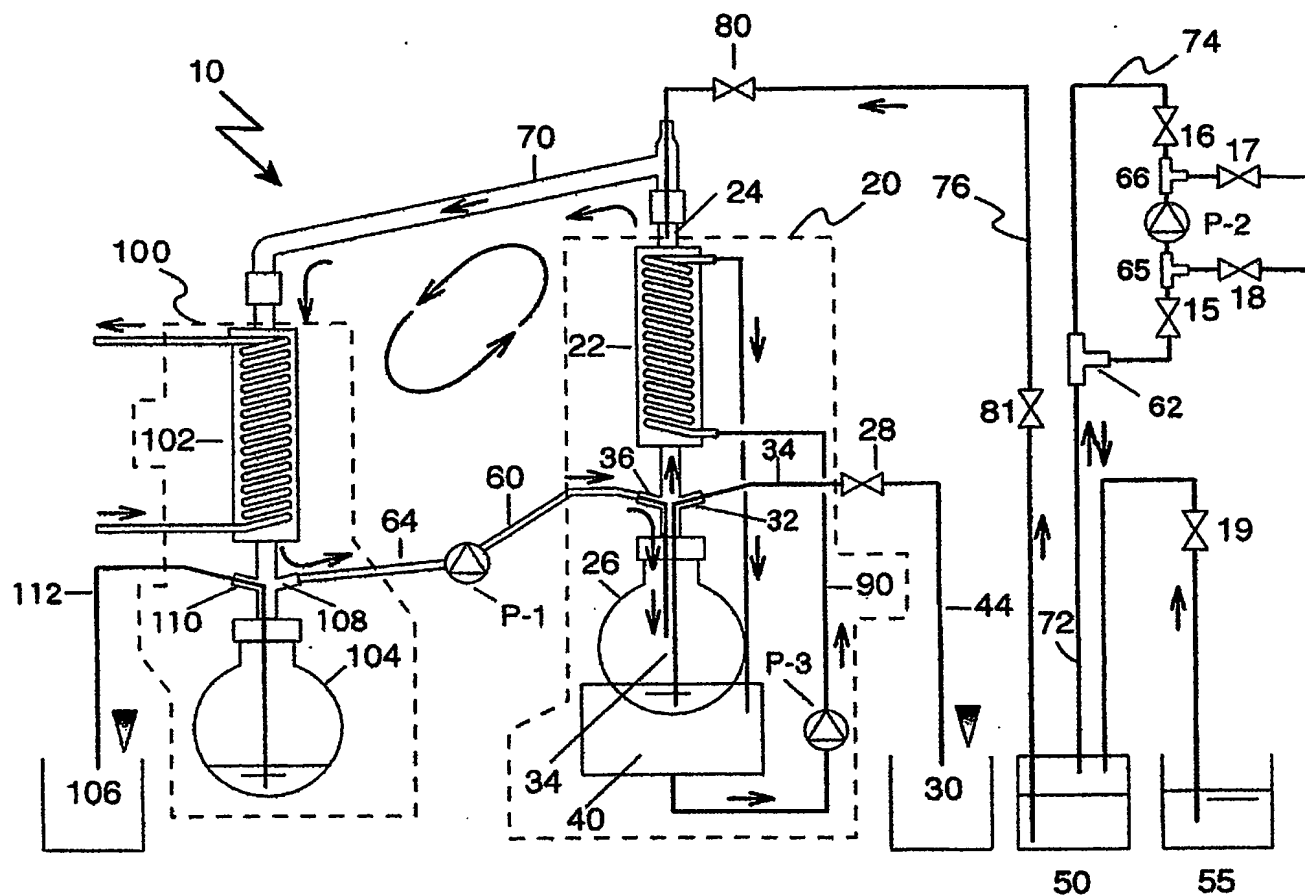
2/5

Fig.2



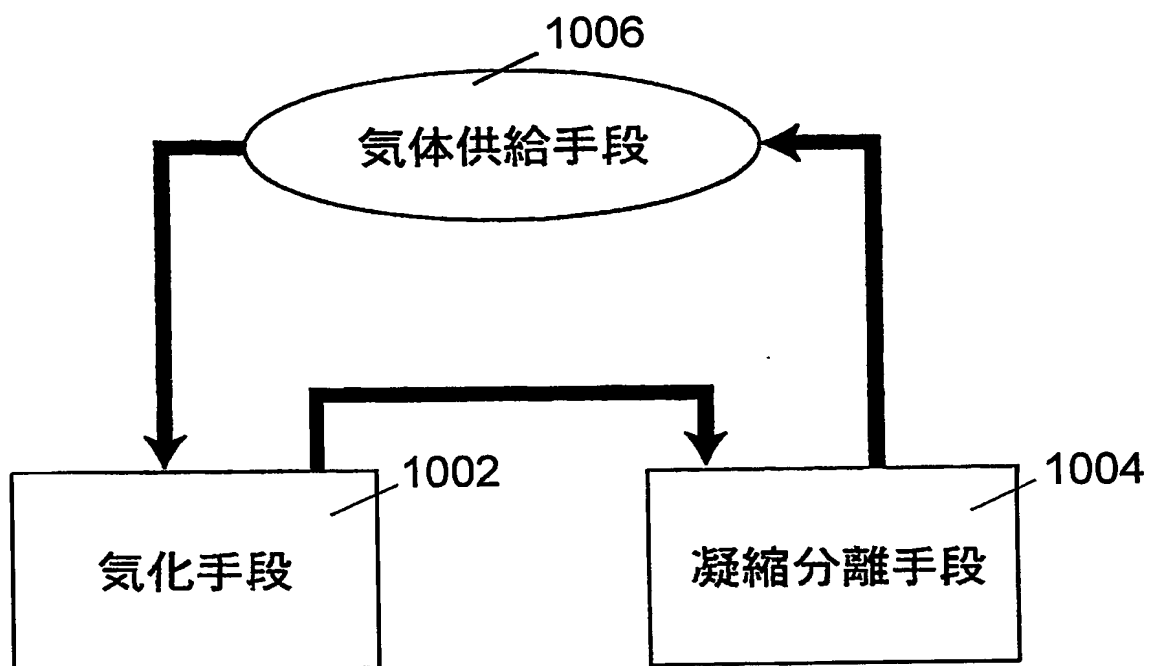
3/5

Fig.3



4/5

Fig.4



5/5

Fig.5

